



⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 198 49 817 A 1

⑯ Int. Cl. 7:  
**C 08 G 18/83**  
C 08 G 18/10  
C 08 G 18/48  
C 09 K 3/10  
C 08 L 75/08  
E 04 B 1/62

⑯ Aktenzeichen: 198 49 817.9  
⑯ Anmeldetag: 29. 10. 1998  
⑯ Offenlegungstag: 4. 5. 2000

⑯ Anmelder:  
Bayer AG, 51373 Leverkusen, DE

⑯ Erfinder:  
Schmalstieg, Lutz, Dr., 50676 Köln, DE; Lemmerz, Ralf, Dr., 51379 Leverkusen, DE; Walter, Ulrich, 40764 Langenfeld, DE; Wilmes, Oswald, Dr., 51061 Köln, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑯ Alkoxsilan-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymere, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung zur Herstellung von Dichtstoffen  
⑯ Die Erfindung betrifft Alkoxsilan-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymere auf Basis von speziellen, sehr hochmolekularen Polyurethanprepolymeren, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung als Bindemittel für niedermodulige Dichtstoffe.

DE 198 49 817 A 1

**BEST AVAILABLE COPY**

DE 198 49 817 A 1

## Beschreibung

5 Die Erfindung betrifft Alkoxyilan-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymere auf Basis von speziellen, sehr hochmolekularen Polyurethanprepolymeren, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung als Bindemittel für niedlermodulige Dichtstoffe.

10 Alkoxyilanfunktionelle Polyurethane, die über eine Silanpolykondensation vernetzen sind lange bekannt. Ein Übersichtsartikel zu dieser Thematik findet sich z. B. in "Adhesives Age" 4/1995, Seite 30 ff. (Autoren: Ta-Min Feng, B. A. Waldmann). Derartige Alkoxyilan-terminierte, feuchtigkeitshärtende Einkomponenten-Polyurethane werden in zunehmendem Maße als weichelastische Beschichtungs-, Dichtungs- und Klebemassen im Bauwesen und in der Automobilindustrie verwendet. Bei diesen Anwendungen werden hohe Anforderungen an das Dehn-, Adhäsionsvermögen und an die Aushärtegeschwindigkeit gestellt. Insbesondere das im Baubereich geforderte Eigenschaftsniveau kann von den Systemen des Standes der Technik nicht in vollem Umfang erreicht werden.

15 In der EP-A-596 360 werden Alkoxyilan-funktionelle Polyurethanprepolymere beschrieben, die sich als Dichtstoffbindemittel eignen. Die in dieser Patentanmeldung explizit beschriebenen Produkte eignen sich aber nicht zur Herstellung weicher und niedlermoduliger Dichtstoffe, wie sie im Baubereich eingesetzt werden.

20 Das Eigenschaftsprofil für Dichtstoffe im Baubereich wird in der DIN ISO 11600 näher spezifiziert. Die gleiche Feststellung trifft auch im Hinblick auf die jüngst veröffentlichte Folgeanmeldungen zur EP-A 596 360 zu, namentlich die EP-A 831 108 und die EP-A 807 649. Die in diesem Stand der Technik beschriebenen Produkte eignen sich zur Herstellung von hochmoduligen Dichtstoffen wie sie im technischen Bereich eingesetzt werden, nicht aber zur Herstellung niedlermoduliger Baudichtstoffe.

25 Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, Alkoxyilan-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymere bereitzustellen, die sich als Bindemittel zur Herstellung niedlermoduler Dichtstoffe eignen. Diese Aufgabe konnte mit der Bereitstellung der nachstehend näher beschriebenen Alkoxyilan-Endgruppen aufweisenden Polyurethanprepolymere auf Basis spezieller, sehr hochmolekularer Polyurethanprepolymeren gelöst werden.

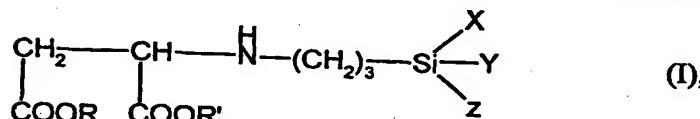
30 Gegenstand der Erfindung sind Alkoxyilan-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymere die hergestellt werden durch Umsetzung von

A) linearen Polyurethanprepolymeren hergestellt durch Umsetzung von

35 i) einer aromatischen, aliphatischen oder cycloaliphatischen Diisocyanatkomponente mit einem NCO-Gehalt von 20 bis 60 Gew.-% mit

ii) einer Polyolkomponente, die als Hauptkomponente ein Polyoxyalkylendiol umfaßt, das ein Molekulargewicht von 3000 bis 20000 aufweist, mit

B) Alkoxyilan- und Aminogruppen aufweisenden Verbindungen der Formel (I)



40 in welcher

R und R' für gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen

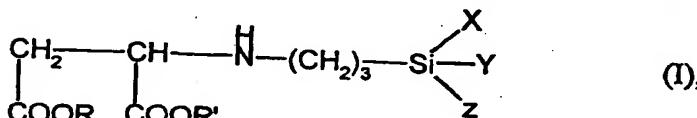
45 X, Y, Z für gleiche oder verschiedene C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl- oder C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkoxyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der Reste für eine C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkoxygruppe steht, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyurethanprepolymeren A) ein mittleres, aus NCO-Gehalt und NCO-Funktionalität berechnetes Molekulargewicht von 15000 bis 50000, vorzugsweise von 20000 bis 40000 aufweisen.

50 Vorzugsweise steht im Formel (I) X, Y und Z unabhängig voneinander für Methoxy oder Ethoxy.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung Alkoxyilan-Endgruppen aufweisender Polyurethanprepolymere durch Umsetzung von

55 A) linearen Polyurethanprepolymeren eines mittleren, aus NCO-Gehalt und NCO-Funktionalität berechneten Molekulargewichts von 15000 bis 50000, mit

B) Alkoxyilan- und Aminogruppen aufweisenden Verbindungen der Formel (I)



65 in welcher

R und R' für gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen

X, Y, Z für gleiche oder verschiedene Alkyl- oder Alkoxyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen mit der Maßgabe, daß mindestens einer der Reste für eine Alkoxygruppe steht, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyurethanprepolymeren A) ein mittleres, aus NCO-Gehalt und NCO-Funktionalität

lität berechnetes Molekulargewichts von 15 000 bis 50 000 aufweisen.

Der Erfindung liegt die überraschende Beobachtung zugrunde, daß spezielle Alkoxyisilan-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymere eines sehr hohen Molekulargewichts trotz der niedrigen Anzahl an Vernetzungsstellen klebfrei aushärten und zu Dichtstoffen mit gutem Elastomerverhalten verarbeitet werden können.

Die erfindungsgemäß einzusetzenden Isocyanatprepolymere A) werden in der aus der Polyurethanchemie an sich bekannten Art und Weise durch Umsetzung einer Diisocyanatkomponente i) mit einer nachstehend näher charakterisierten Polyolkomponente ii) hergestellt.

Als Polyisocyanatkomponente i) erfindungsgemäß einsetzbare Isocyanate sind beliebige aliphatische, cycloaliphatische oder aromatische Diisocyanate des Standes der Technik mit einem Isocyanatgehalt von 20 bis 60 Gew.-%. Unter "aromatischen" bzw. "cycloaliphatischen" Diisocyanaten sind dabei solche zu verstehen, die pro Molekül mindestens einen aromatischen bzw. cycloaliphatischen Ring aufweisen, wobei vorzugsweise, jedoch nicht zwingend, mindestens eine der beiden Isocyanatgruppen direkt mit einem aromatischen bzw. cycloaliphatischen Ring verknüpft ist. Als Komponente i) bzw. Teil der Komponente i) bevorzugt geeignet sind aromatische oder cycloaliphatische Diisocyanate des Molekulargewichtsbereichs 174 bis 300 wie 4,4'-Diphenylmethandiisocyanat, gegebenenfalls im Gemisch mit 2,4'-Diphenylmethandiisocyanat, 2,4-Diisocyanatotoluol dessen technische Gemische mit vorzugsweise bis zu 35 Gew.-%, bezogen auf Gemisch, an 2,6-Diisocyanatotoluol, 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan (IPDI), Bis-(4-isocyanatocyclohexyl)methan, 1-Isocyanato-1-methyl-4(3)-isocyanatomethyl-cyclohexan, 1,3-Diisocyanato-6-methyl-cyclohexan, gegebenenfalls im Gemisch mit 1,3-Diisocyanato-2-methylcyclohexan. Selbstverständlich sind auch Mischungen der genannten Isocyanate einsetzbar.

Besonders bevorzugt wird als Komponente i) 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan (IPDI) und/oder 2,4-Diisocyanatotoluol bzw. dessen technische Gemische mit vorzugsweise bis zu 35 Gew.-%, bezogen auf Gemisch, an 2,6-Diisocyanatotoluol eingesetzt.

Zur Herstellung der Polyurethanprepolymere A) wird die Diisocyanatkomponente i) mit einer Polyolkomponente ii) umgesetzt. Als Hauptkomponente enthält die Polyolkomponente ii) ein Polyoxyalkylen, das ein Molekulargewicht von 3000 bis 20000 (entsprechend einer OH-Zahl von 37,3 bis 5,6), vorzugsweise 4000 bis 15000 (entsprechend einer OH-Zahl von 28 bis 7,5) aufweist. Die erfindungsgemäß bevorzugt einsetzbaren Polyoxyalkylen sind solche der aus der Polyurethanchemie an sich bekannten Art wie sie durch Ethoxylierung und/oder Propoxylierung geeigneter Startermoleküle hergestellte werden können. Geeignete Startermoleküle sind beispielsweise Diole wie Ethylenglykol, Propylenglykol, 1,3-Butandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, 2-Ethylhexandiol-1,3 oder auch primäre Monoamine wie beispielsweise aliphatische Amine wie Ethylamin oder Butylamin. Bevorzugt einsetzbare Polyoxyalkylen sind solche mit einem mittleren, aus OH-Gehalt und Funktionalität berechneten Molekulargewicht von 3000 bis 20000, vorzugsweise 4000 bis 15000 auf und einen Ethylenoxydgehalt von maximal 20 Gew.-%, bezogen auf Gesamtgewicht des Polyoxyalkylen.

Ganz besonders bevorzugt werden als Komponente ii) Polypropylenoxydpolyether mit einem Gesamt-Unsättigungsgrad von maximal 0,04 mAq/g und einem mittleren, aus OH-Gehalt und Funktionalität berechneten Molekulargewicht von 8000 bis 12000 eingesetzt.

Die erfindungsgemäß besonders bevorzugt einsetzbaren Polyetherpolyole mit niedrigem Unsättigungsgrad sind prinzipiell bekannt und werden beispielhaft beschrieben in den EP-A 283 148, US-A 3 278 457, US-A 3 427 256, US-A 3 829 505, US-A 4 472 560, US-A 3 278 458, US-A 3 427 334, US-A 3 941 849, US-A 4 721 818, US-A 3 278 459, US-A 3 427 335, US-A 4 355 188.

Erfindungsgemäß einsetzbare Polyetherpolyole haben einen niedrigen Unsättigungsgrad und werden vorzugsweise unter Katalyse mit Metallcyaniden hergestellt. Die Tatsache, daß die besonders bevorzugt einsetzbaren Polyetherpolyole mit niedrigem Unsättigungsgrad besonders vorteilhaft zur Herstellung weicher und niedermoduliger Dichtstoffe eingesetzt sind muß als ausgesprochen überraschend bezeichnet werden, da gemäß dem Stand der Technik durch die Verwendung derartiger Polyole härtere Polyurethane mit höheren Moduli hergestellt werden.

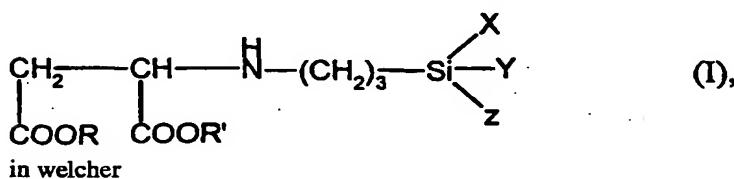
Bei der Herstellung der NCO-Prepolymere A) können gegebenenfalls untergeordnete Mengen an niedermolekularen 2 und 3-wertigen Alkoholen des Molekulargewichts 32 bis 500 mitverwendet werden. Beispielhaft genannt seien Ethylenglykol, Propylenglykol, 1,3-Butandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, Glycerin oder Trimethylolpropan. Die Mitverwendung niedermolekularer Alkohole ist aber keineswegs bevorzugt.

Bei der Herstellung der NCO-Prepolymere A) können weiterhin untergeordnete Mengen an polyfunktionellen Polyetherpolyolen des Standes der Technik mitverwendet werden, obwohl auch dies keineswegs bevorzugt ist.

Die Herstellung der erfindungsgemäß als Komponente A) einsetzbaren Polyurethanprepolymere erfolgt durch Umsetzung der Diisocyanatkomponente i) mit der Diolkomponente ii) im Temperaturbereich von 40 bis 120°C, vorzugsweise 50 bis 100°C unter Einhaltung eines NCO/OH-Äquivalentverhältnisses von 1,2 : 1 bis 1,8 : 1, vorzugsweise 1,3 : 1 bis 1,6 : 1. Gegebenenfalls können bei der Herstellung der Polyurethanprepolymere die aus der Polyurethanchemie an sich bekannten aminischen oder metallorganischen Katalysatoren mitverwendet werden.

Die erfindungsgemäß einsetzbaren Polyurethanprepolymere A) weisen einen NCO-Gehalt von 0,21 bis 0,56% auf, vorzugsweise 0,28 bis 0,42%, entsprechend einem mittleren Molekulargewicht von 15 000 bis 50 000, vorzugsweise 20 000 bis 40 000.

Die erfindungsgemäß einsetzbaren Polyurethanprepolymere A) werden in der zweiten Stufe des erfindungsgemäßen Verfahrens umgesetzt mit Verbindungen der Formel (I)



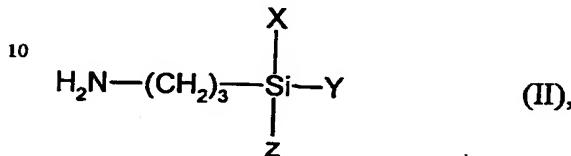
BEST AVAILABLE COPY

# DE 198 49 817 A 1

R und R' für gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, ganz besonders bevorzugt 1 bis 2 Kohlenstoffatomen stehen

5 X, Y, Z für gleiche oder verschiedene Alkyl- oder Alkoxyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der Reste, vorzugsweise alle 3 Reste für eine C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkoxygruppe stehen.

Die Herstellung der erfindungsgemäß einzusetzenden Alkoxyilan- und Aminogruppen aufweisenden Verbindungen erfolgt wie in der EP-A 596 360 beschrieben durch Umsetzung von Aminoalkylalkoxysilanen der Formel (II)



15 in welcher X, Y und Z die bei Formel (I) angegebene Bedeutung haben, mit Malein- und/oder Fumarsäureestern der Formel (III)



25 in welcher R und R' unabhängig voneinander für C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl stehen.

Beispiele für geeignete Aminoalkylalkoxysilane der Formel (II) sind 3-Aminopropyltrimethoxysilan, 3-Aminopropyltriethoxysilan, 3-Aminopropyl-methyl-diethoxysilan; 3-Aminopropyltrimethoxysilan und 3-Aminopropyltriethoxysilan

25 sind besonders bevorzugt. Die Umsetzung der NCO-Polymeren mit den Alkoxyilan- und Aminogruppen aufweisenden Verbindungen der Formel (I) im erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt innerhalb eines Temperaturbereichs von 0 bis 150°C, vorzugsweise bis 1,1 Mol Aminosilylverbindung eingesetzt werden. Vorzugsweise wird pro Mol eingesetzter NCO-Gruppen 0,95 Mol Aminosilylverbindung eingesetzt. Bei Anwendung höherer Reaktionstemperaturen kann es gemäß der Lehre der EP-A 807 649 zu einer Cyclokondensationsreaktion kommen, die aber keineswegs störend ist und mitunter sogar vorteilhaft sein kann.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Alkoxyilan-Endgruppen aufweisenden Polyurethanprepolymere als Bindemittel zur Herstellung von isocyanatfreien niedrmoduligen Polyurethandichtstoffen vorzugsweise für den Baubereich. Diese Dichtstoffe vernetzen unter Einwirkung von Luftfeuchtigkeit über eine Silanpolykondensation.

Zur Herstellung solcher Dichtstoffe können die erfindungsgemäßen Alkoxyilan-Endgruppen aufweisenden Polyurethanprepolymere zusammen mit üblichen Weichmachern, Füllstoffen, Pigmenten, Trockenmitteln, Additiven, Lichtschutzmitteln, Antioxidantien, Thixotropiermitteln, Katalysatoren, Haftvermittlern und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen nach bekannten Verfahren der Dichtstoftherstellung formuliert werden.

Als geeignete Füllstoffe seien beispielhaft Ruß, Füllungskieselsäuren, pyrogene Kieselsäuren, mineralische Kreiden und Fällungskreiden genannt. Als geeignete Weichmacher seien beispielhaft Phthalsäureester, Adipinsäureester, Alkylsulfonsäureester des Phenols oder Phosphorsäureester genannt.

Als Thixotropiermittel seien beispielhaft pyrogene Kieselsäuren, Polyamide, hydrierte Ricinusöl-Folgeprodukte oder auch Polyvinylchlorid genannt.

Als geeignete Katalysatoren zur Aushärtung seien Organozinnverbindungen und aminische Katalysatoren genannt.

Als Organozinnverbindungen seien beispielhaft genannt: Dibutylzinnacetat, Dibutylzinnlaurat, Dibutylzinn-bis-acetoacetat und Zinncarboxylate wie beispielsweise Zinnoctoat. Die genannten Zinnkatalysatoren können gegebenenfalls in Kombination mit aminischen Katalysatoren wie Aminosilanen oder Diazabicyclooctan verwendet werden.

50 Als Trockenmittel seien insbesondere Alkoxyilanverbindungen genannt wie Vinyltrimethoxysilan, Methyltrimethoxysilan, i-Butyltrimethoxysilan, Hexadecyltrimethoxysilan.

Als Haftvermittler werden die bekannten funktionellen Silane eingesetzt wie beispielsweise Aminosilane der vorstehend genannten Art aber auch Aminoethyl-3-aminopropyl-trimethoxy und/oder N-Aminoethyl-3-aminopropyl-methyl-dimethoxysilan, Epoxyisilane und/oder Mercaptosilane.

55 Die vernetzten Polymere zeichnen sich aus durch hervorragende Dehnbarkeit bei gleichzeitig niedrigem Modul. Insbesondere Produkte auf Basis der bevorzugt als Diolkomponente ii) einzusetzenden Polyoxypolyenglycole mit niedrigem Gesamtunsättigungsgrad zeichnen sich durch niedrige Moduli, excellente mechanische Eigenschaften und eine geringe Oberflächenklebrigkeit aus.

60

## Beispiele

### Beispiel 1

65 4000 g eines Polypropylenenglykols der OH-Zahl 14 mit einem Unsatztigungsgrad von 0,005 mÄq/g (Acclaim 8200 der Fa. Arco) werden mit 166,5 g Isophorondiisocyanat bei 100°C bis zum Erreichen des theoretischen NCO-Gehaltes von 0,5% prepolymerisiert. Das erhaltene Polyurethanprepolymer hat ein berechnetes mittleres Molekulargewicht von 16 600. Nach Abkühlen auf 60°C tropft man 175,5 g N-(3-Trimethoxysilylpropyl)asparaginsäure-diethylester (hergestellt gemäß EP-A 596 360, Bsp. 5) zügig zu und röhrt, bis im IR-Spektrum keine Isocyanatbande mehr zu sehen ist. Das

# DE 198 49 817 A 1

erhaltene Alkoxsilyl-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymer hat eine Viskosität von 26 000 mPas (23°C).

Ein auf eine Glasplatte gegossener Film härtet unter Katalyse mit Dibutylzinndiacetat über Nacht zu einem klaren, hochelastischen Kunststoff einer Shore A-Härte von 13.

## Beispiel 2

2000 g eines Polyetherdiols der OH-Zahl 28, hergestellt durch Propoxylierung von Propylenglykol und anschließende Ethoxylierung des Propoxylierungsproduktes (PO/EO-Verhältnis = 80 : 20) werden mit 104,4 g 2,4-Toluylen-diisocyanat bei 80°C bis zum Erreichen des theoretischen NCO-Gehaltes von 0,6% prepolymerisiert. Das erhaltene Polyurethanprepolymer hat ein berechnetes mittleres Molekulargewicht von 21 000. Nach Abkühlen auf 60°C tropft man 64,6 g N-(3-Trimethoxysilylpropyl)asparaginsäure-dimethylester (hergestellt gemäß EP-A 596 360, Bsp. 4) zügig zu und röhrt, bis im IR-Spektrum keine Isocyanatbande mehr zu sehen ist. Das erhaltene Alkoxsilyl-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymer hat eine Viskosität von 96 000 mPas (23°C).

Ein auf eine Glasplatte gegossener Film härtet unter Katalyse mit Dibutylzinndiacetat über Nacht zu einem klaren, hochelastischen Kunststoff einer Shore A-Härte von 9.

## Beispiel 3

4000 g eines Polypropylenglykols der OH-Zahl 14 mit einem Unsatztigungsgrad von 0,005 mÄq/g (Acclaim 8200 der Fa. Arco) werden mit 155,4 g Isophorondiisocyanat bei 100°C bis zum Erreichen des theoretischen NCO-Gehaltes von 0,4% prepolymerisiert. Das erhaltene Polyurethanprepolymer hat ein berechnetes mittleres Molekulargewicht von 21 000. Nach Abkühlen auf 60°C tropft man 140,4 g N-(3-Trimethoxysilylpropyl)asparaginsäure-diethylester (hergestellt gemäß EP-A 596 360, Bsp. 5) zügig zu und röhrt, bis im IR-Spektrum keine Isocyanatbande mehr zu sehen ist. Das erhaltene Alkoxsilyl-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymer hat eine Viskosität von 28 000 mPas (23°C).

Ein auf eine Glasplatte gegossener Film härtet unter Katalyse mit Dibutylzinndiacetat innerhalb von 24 Stunden zu einem elastischen Kunststoff einer Shore A-Härte von 15.

## Beispiel 4

5300 g eines Polypropylenglykols der OH-Zahl 10,6 mit einem Unsatztigungsgrad von 0,005 mÄq/g (Acclaim 12200 der Fa. Arco) werden mit 147,9 g eines technischen Gemisches enthaltend 80 Gew.-% 2,4-Toluylen-diisocyanat und 20 Gew.-% 2,6-Toluylen-diisocyanat bei 80°C bis zum Erreichen des theoretischen NCO-Gehaltes von 0,54% prepolymerisiert. Das erhaltene Polyurethanprepolymer hat ein berechnetes mittleres Molekulargewicht von 15 500. Nach Abkühlen auf 60°C tropft man 226,1 g N-(3-Trimethoxysilylpropyl)asparaginsäure-dimethylester (hergestellt gemäß EP-A 596 360, Bsp. 4) zügig zu und röhrt, bis im IR-Spektrum keine Isocyanatbande mehr zu sehen ist. Das erhaltene Alkoxsilyl-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymer hat eine Viskosität von 25 000 mPas (23°C).

Ein auf eine Glasplatte gegossener Film härtet unter Katalyse mit Dibutylzinndiacetat innerhalb von 24 Stunden zu einem elastischen Kunststoff einer Shore A-Härte von 12.

## Beispiel 5

5300 g eines Polypropylenglykols der OH-Zahl 10,6 mit einem Unsatztigungsgrad von 0,005 mÄq/g (Acclaim 12200 der Fa. Arco) werden mit 166,5 g Isophorondiisocyanat bei 100°C bis zum Erreichen des theoretischen NCO-Gehaltes von 0,38% prepolymerisiert. Das erhaltene Polyurethanprepolymer hat ein berechnetes mittleres Molekulargewicht von 22 000. Nach Abkühlen auf 60°C tropft man 175,5 g N-(3-Trimethoxysilylpropyl)asparaginsäure-diethylester (hergestellt gemäß EP-A 596 360, Bsp. 5) zügig zu und röhrt, bis im IR-Spektrum keine Isocyanatbande mehr zu sehen ist. Das erhaltene Alkoxsilyl-Endgruppen aufweisende Polyurethanprepolymer hat eine Viskosität von 30 000 mPas (23°C).

Ein auf eine Glasplatte gegossener Film härtet unter Katalyse mit Dibutylzinndiacetat innerhalb von 24 Stunden zu einem elastischen Kunststoff einer Shore A-Härte von 12.

## Beispiel 6

### Herstellung eines isocyanatfreien Polyurethandichtstoffs

In einem handelsüblichen Planetenmischer werden die folgenden Komponenten zu einem gebrauchsfertigen Dichtstoff verarbeitet:

41,6 Gew.-Teile Prepolymer aus Beispiel 3

14,6 Gew.-Teile Diisoundecylphthalat (Weichmacher)

0,20 Gew.-Teile Dibutylzinn-bis-acetoacetonat (10%ig gelöst in Solventnaphta 100)

1,50 Gew.-Teile Vinyltrimethoxysilan

41,6 Gew.-Teile Füllungskreide (Typ: Socal UIS2)

Die Mischung wird 10 Minuten bei einem Druck von 100 mbar dispergiert, wobei die Innentemperatur auf 60°C ansteigt. Anschließend werden

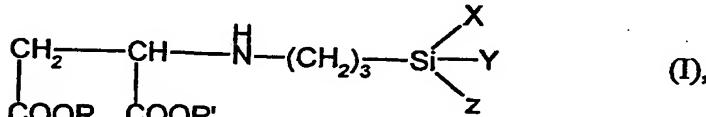
0,5 Gew.-Teile N-Aminoethyl-3-aminopropyl-methyldimethoxysilan

zugegeben und bei einem Druck von 100 mbar durch 10 minütiges Rühren eingearbeitet.

Der so hergestellte Dichtstoff zeigt eine ausgezeichnete Standfestigkeit, haftet auf nahezu allen Untergründen und härtet mit einer Hautbildungszeit von ca. 1,5 Stunden aus.

## Patentansprüche

5 1. Alkoxy silan-Endgruppen aufweisende Polyurethan prepolymera die hergestellt werden durch Umsetzung von  
 A) linearen Polyurethan prepolymera hergestellt durch Umsetzung von  
 i) einer aromatischen, aliphatischen oder cycloaliphatischen Diisocyanat komponente mit einem NCO-  
 Gehalt von 20% bis 60% mit  
 ii) einer Polyol komponente, die als Haupt komponente ein Polyoxyalkylendiol umfaßt, das ein Moleku-  
 largewicht von 3000 bis 20 000 aufweist, mit  
 B) Alkoxy silan- und Aminogruppen aufweisenden Verbindungen der Formel (I)



15 in welcher  
 R und R' für gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 1 bis 4 Koh-  
 lenstoffatomen stehen  
 und

20 X, Y, Z für gleiche oder verschiedene Alkyl- oder Alkoxyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen mit der  
 Maßgabe, daß mindestens einer der Reste, für eine Alkoxygruppe steht,  
 dadurch gekennzeichnet, daß die Polyurethan prepolymera A) ein mittleres, aus NCO- Gehalt und NCO-  
 Funktionalität berechnetes Molekulargewichts von 15 000 bis 50 000 aufweisen.

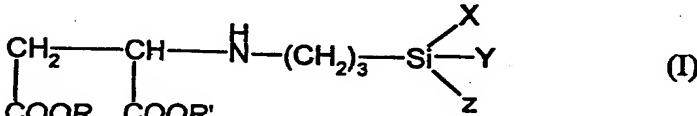
25 2. Alkoxy silan-Endgruppen aufweisende Polyurethan prepolymera gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
 daß die Polyurethan prepolymera A) ein mittleres, aus NCO- Gehalt und NCO- Funktionalität berechnetes Moleku-  
 largewichts von 20 000 bis 40 000 aufweisen.

30 3. Alkoxy silan-Endgruppen aufweisende Polyurethan prepolymera gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
 daß zur Herstellung der Polyurethan prepolymera A) Polypropyleneoxyd polyether mit einem Gesamt- Unsättigungs-  
 grad von maximal 0,04 mÄq/g und einem mittleren, aus OH- Gehalt und Funktionalität berechneten Molekulargewichts von 8000 bis 20 000 eingesetzt werden.

35 4. Alkoxy silan-Endgruppen aufweisende Polyurethan prepolymera gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
 daß X, Y, und Z unabhängig voneinander für Methoxy- oder Ethoxy stehen.

5. Verfahren zur Herstellung von Alkoxy silan-Endgruppen aufweisenden Polyurethan prepolymeren gemäß An-  
 spruch 1 bis 4 durch Umsetzung von

40 A) linearen Polyurethan prepolymeren eines mittleren, aus NCO- Gehalt und NCO- Funktionalität berechneten  
 Molekulargewichts von 15 000 bis 50 000,  
 mit  
 B) Alkoxy silan- und Aminogruppen aufweisenden Verbindungen der Formel (I)



50 in welcher  
 R und R' für gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 1 bis 4 Koh-  
 lenstoffatomen stehen  
 und

55 X, Y, Z für gleiche oder verschiedene Alkyl- oder Alkoxyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen mit der  
 Maßgabe, daß mindestens einer der Reste, für eine Alkoxygruppe steht,  
 dadurch gekennzeichnet, daß die Polyurethan prepolymera A) ein mittleres, aus NCO- Gehalt und NCO- Funk-  
 tionalität berechnetes Molekulargewichts von 15 000 bis 50 000 aufweisen.

6. Verwendung Alkoxy silan-Endgruppen aufweisender Polyurethan prepolymera gemäß Anspruch 1 zur Herstel-  
 lung von niedermoduligen Dichtstoffen.

55

60

65

BEST AVAILABLE COPY